

СИНТЕЗ НАНОТРУБОК ОКСИДА ВОЛЬФРАМА

Терентьев Д.С., Резанов И.Ю., Разумаков А.А.

Руководитель – проф., к.т.н. Буров В.Г.

Новосибирский государственный технический университет,

г. Новосибирск,

Terentiev240485@mail.ru

За последнее десятилетие появились публикации по нанотрубкам оксида вольфрама [1-3]. Характерной особенностью полученных нанотрубок является наличие поликристаллической структуры.

Образование монокристаллических нанотрубок оксида вольфрама было обнаружено нами в процессе исследования взаимодействия частиц металлов с частицами карбида вольфрама [4]. Исследование эффекта эпитаксиального роста нанотрубок при нагреве порошковых смесей наноразмерной меди и крупнозернистого карбида вольфрама позволило вскрыть новую технологию получения нанотрубок, имеющих минимальное количество дефектов кристаллической структуры.

Использование монокристаллических нанотрубок оксида вольфрама в качестве сырья для получения нанокристаллических частиц монокарбида вольфрама может обеспечить последним уникальные свойства, определяемые, прежде всего, их структурой. Одной из задач исследований является выяснение роли состояния наноразмерных частиц меди на процесс синтеза нанотрубок оксида вольфрама и на их структуру [5].

Синтез нанотрубок оксида вольфрама осуществлялся на установке, состоящей из муфельной печи типа SNOL7.2/1300, форвакуумного насоса ВН-461М и герметичного контейнера. Рабочая часть контейнера располагалась в зоне нагрева, а другая часть, к которой присоединялся шланг от вакуумного насоса, охлаждалась водой. Условия, при которых осуществлялся синтез нанотрубок, приведены в таблице 1.

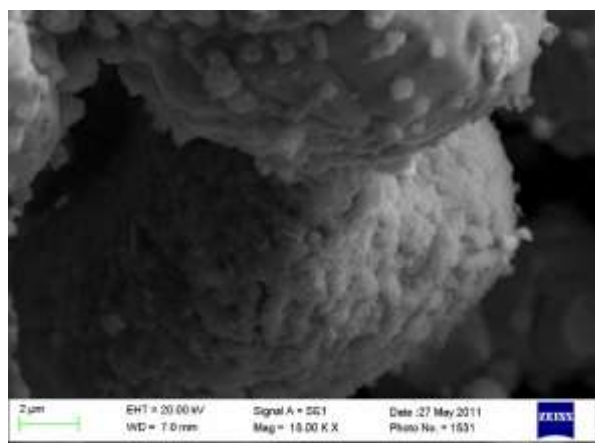
Таблица 1 - Условия синтеза нанотрубок оксида вольфрама

№ оп.	Состав порошковой смеси, % по массе	Температура, °С	Время, мин		Разряжение вакуума, Торр
			нагрева	выдержки	
1	90 WC + 10 nCu	1040	180	0	10^{-3}
2	90 WC + 10 nCu	1080			
2	95 WC + 5 nCuO	1080			
3	95 WC + 5 nCuO	1100			

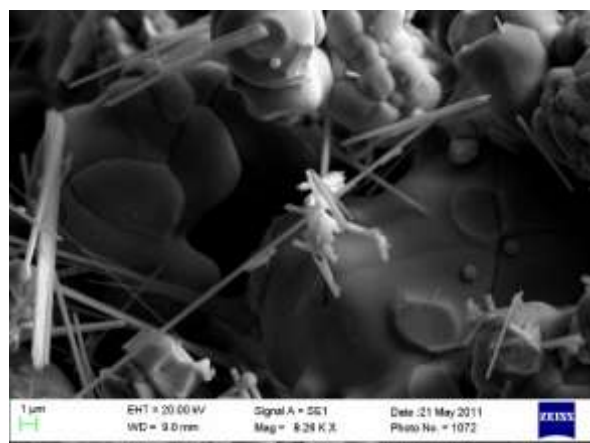
Синтезированные нанотрубки оксида вольфрама исследовали на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss EVO50 XVP. Морфология нанотрубок оксида вольфрама представлена на рисунке 1 (а - г).

Проведение синтезов №1 и №2 (таблица 1) осуществлялось с использованием наноразмерного порошка меди (nCu), полученного методом электрического взрыва медного проводника. Наноразмерный

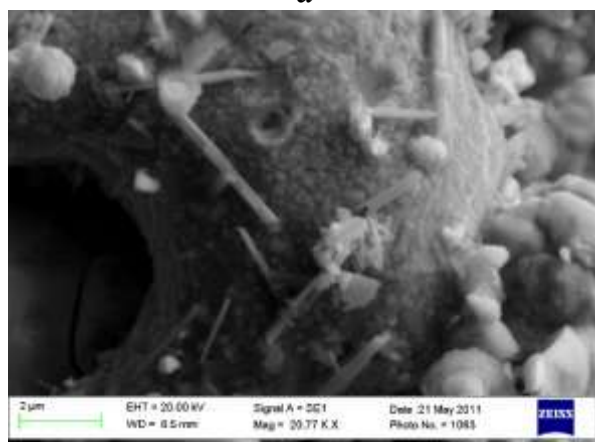
порошок меди, предварительно окисленный на воздухе в течение 24 часов при температуре 150 °С, использовался в синтезах №3 и №4 (таблица 1). Окисление приводило к получению наноразмерного порошка оксида меди ($nCuO$). Средний размер исходных частиц карбида вольфрама изменялся в диапазоне 8...13 мкм. Дисперсность исходного нанопорошка меди составила - 90 нм. Капсулы с заданной порошковой смесью помещались для синтеза в контейнер, в котором обеспечивался вакуум $10^{-2}...10^{-3}$ Торр на протяжении всего процесса. Контейнер и капсулы изготавливались из нержавеющей стали.



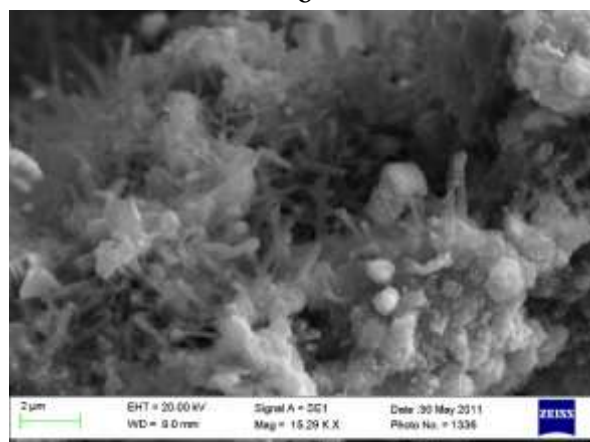
а



б



в



г

Рисунок 1. Нанотрубки оксида вольфрама:

а – смесь 90 WC + 10 nCu (1040 °С), б – смесь 90 WC + 10 nCu (1080 °С),
в – смесь 95 WC + 5 $nCuO$ (1080 °С), г – смесь 95 WC + 5 $nCuO$ (1100 °С)

Нагрев порошковой смеси 90 % WC + 10 % nCu (синтез №1, таблица 1), способствовал образованию зародышей нанотрубок оксида вольфрама (рисунок 1, а). Отсутствие роста зародышей нанотрубок объясняется низкой температурой проведения синтеза. При повышении температуры до 1080 °С наблюдался рост зародышей нанотрубок (рисунок 1, б), хотя их количество мало.

Изменение химического состава исходной порошковой смеси, заменой наноразмерной меди на наноразмерный оксид меди (синтез №3, таблица 1), привело к образованию нанотрубок различной морфологии и высокой неоднородности по размерам (рисунок 1, в). Средний размер сечения синтезированных нанотрубок составил 80 нм, при длине до 3 мкм.

Наибольший процентный выход нанотрубок оксида вольфрама обеспечивался нагревом порошковой смеси 95 % WC + 5% nCuO до температуры 1100 °С (синтез №4, таблица 1). Средний размер сечения нанотрубок составил 100 нм при длине до 2 мкм (рисунок 1, г). Полученные нанотрубки характеризовались высокой однородностью по размерам. При температуре 1100 °С наблюдалось некоторое оплавление кристаллов оксида вольфрама. Последнее обстоятельство свидетельствует о недопустимости дальнейшего повышения температуры синтеза.

Выводы

1. Морфология нанотрубок оксида вольфрама зависит от температуры синтеза и химического состава исходной порошковой смеси. Количество кислорода, содержащегося на поверхности наночастиц меди, влияет на размеры получаемых нанотрубок и на их количество.

2. Использование нанопорошка оксида меди приводит к росту поперечного сечения получаемых нанотрубок до 100 нм.

3. Высокая однородность по размерам и наибольший процентный выход нанотрубок оксида вольфрама обеспечивается нагревом исходной порошковой смеси 95% WC + 5% nCuO до температуры 1100 °С.

Используемые литературные источники:

1. Захарова Г. С., Волков В. Л., Ивановская В. В., Ивановский А. Л. Нанотрубки и родственные наноструктуры оксидов d-металлов: синтез и моделирование// Успехи химии 74 (7), 2005, с. 651-685.

2. Zhi-Gang Zhao, Masahiro Miyauchi. Nanoporous-Walled Tungsten Oxide Nanotubes as Highly Active Visible-Light-Driven Photocatalysts// Angewandte Chemie–International Edition, Volume 120, Issue 37, September 1, 2008, Pages: 7159–7163.

3. Bando Yoshio, Li Yubao, Dmitri Golberg. Single crystal tungsten oxide nanotube, single crystal tungsten oxide nanowire, and method for manufacturing them// Patent JP № 2005075654, 2005.

4. Буров В. Г., Уваров Н. Ф., Дробяз А. А., Терентьев Д. С., Резанов И. Ю., Невзоров И. А. Формирование наноразмерных частиц оксида вольфрама// Обработка металлов: Технология. Оборудование. Инструменты, 2010, № 3, с. 39-42.

5. Терентьев Д. С. Технологические условия формирования нанотрубок оксида вольфрама// Обработка металлов: Технология. Оборудование. Инструменты. 2011. №3 С. 88-90.